

⑩ 日本国特許庁(JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

昭63-203645

⑬ Int. Cl.<sup>4</sup>

識別記号

庁内整理番号

⑬ 公開 昭和63年(1988)8月23日

C 07 C 51/41  
51/42  
53/124

8318-4H

6692-4H※

審査請求 未請求 請求項の数 15 (全9頁)

⑭ 発明の名称 塩基性塩の製造方法、製造された塩およびこの種の塩を含有する油組成物

⑮ 特 願 昭63-30674

⑯ 出 願 昭63(1988)2月12日

優先権主張 ⑰ 1987年2月16日 ⑱ イギリス(GB) ⑲ 8703549

⑳ 発 明 者 エー・ヘネ・マリー・ オランダ国、1031・セー・エム・アムステルダム、バドハ  
ホットフリード・アン・ アイスウエヒ・3  
ドレ・ファン・クルフ  
テン㉑ 出 願 人 シエル・インターナシ オランダ国、ザ・ハーグ・2596・ハー・エル、カレル・フ  
ヨナル・リサーチ・マ アン・ビュランドトラーン・30  
ートスハツペイ・ベ  
ー・ヴェー㉒ 代 理 人 弁理士 川口 義雄 外2名  
最終頁に続く

## 明 細 書

## 1. 発明の名称

塩基性塩の製造方法、製造された塩およびこ  
の種の塩を含有する油組成物

## 2. 特許請求の範囲

(1) (a) 有機カルボン酸を炭化水素溶剤中にて1  
当量より多いアルカリ土類金属水酸化物および/  
または酸化物と混合し、(b) 得られた混合物中へ過剰のアルカリ土類  
金属の1当量当たり少なくとも0.5当量の量にて二  
酸化炭素を導入し、かつ(c) 存在する残留固体と存在する水層とを除  
去することからなる有機カルボン酸の塩基性アルカリ土  
類金属塩の製造方法において、有機カルボン酸は  
C<sub>8</sub>~30アルキルサリチル酸と、アルキル部分が  
分枝鎖であって4~40個の炭素原子を有する1種もしくはそれ以上のアルカンカルボン酸との配合  
物からなることを特徴とする有機カルボン酸の塩  
基性アルカリ土類金属塩の製造方法。(2) アルキルサリチル酸がアルキル基中に12~26  
個の炭素原子を有する請求項1記載の方法。(3) アルカンカルボン酸のアルキル部分が、8~  
28個の炭素原子を有する第三アルキル部分である  
請求項1または2記載の方法。(4) C<sub>8</sub>~30アルキルサリチル酸対アルカンカル  
ボン酸の当量比が10:1~1:10の範囲である請  
求項1~3のいずれか一項に記載の方法。(5) アルカリ土類金属がカルシウムもしくはマグ  
ネシウムである請求項1~4のいずれか一項に記  
載の方法。(6) 工程(a)に添加するアルカリ土類金属水酸化  
物および/または酸化物の量が酸1当量当たり10~  
25当量である請求項1~5のいずれか一項に記載

の方法。

㉓ 工程(a)における混合物が酸系含有の有機溶剤と必要に応じ水とをさらに含む請求項1~6のいずれか一項に記載の方法。

㉔ 酸系含有の有機溶剤がC<sub>1</sub>~6アルコールである請求項7記載の方法。

㉕ 有機カルボン酸の配合物とアルカリ土類金属水酸化物および/または酸化物との混合物を、炭化水素溶剤中で前記酸類と前記アルカリ土類金属水酸化物および/または酸化物とを混合することにより作成する請求項1~8のいずれか一項に記載の方法。

㉖ 炭化水素溶剤をベンゼン、トルエン、キシレンもしくはその混合物から選択する請求項9記載の方法。

㉗ 工程(b)における二酸化炭素の導入を、酸1当量当たり毎分0.05~1.0当量の二酸化炭素の速度

(b2) 得られた混合物への二酸化炭素の導入を再開する

ことからなる請求項1~12のいずれか一項に記載の方法。

㉘ 請求項1~13のいずれか一項に記載の方法により製造される有機カルボン酸の配合物の塩基性アルカリ土類金属塩。

㉙ 多量のベース油と少量の請求項14記載の塩基性アルカリ土類金属塩とからなる油組成物。

### 3. 発明の詳細な説明

本発明は、有機カルボン酸の配合物の塩基性アルカリ土類金属塩の製造方法、このように製造された塩、およびこの種の塩を含有する油組成物に関するものである。

潤滑油組成物に対する添加剤として有機カルボン酸のアルカリ土類金属塩を使用することが知られている。これら塩類は、この種の組成物に加え

で行なう請求項1~10のいずれか一項に記載の方法。

㉚ 0.25~20時間の熟成時間を工程(b)と工程(c)との間に存在させる請求項1~11のいずれか一項に記載の方法。

㉛ 工程(a)および工程(b)を二段階で行ない、これら段階が

(a1) 有機カルボン酸の配合物と1当量より多いアルカリ土類金属水酸化物および/または酸化物との混合物を炭化水素溶剤中で作成し、

(b1) 得られた混合物中へ二酸化炭素を、過剰のアルカリ土類金属1当量当たり少なくとも0.5当量の二酸化炭素が吸収されるまで導入し、

(a2) 少なくともさらに1当量のアルカリ土類金属水酸化物および/または酸化物を反応混合物へ添加して、アルカリ土類金属水酸化物および/または酸化物の全量を少なくとも10当量にし、

ると、エンジンシリンダの内部が腐蝕に保たれかつピストンおよびピストンリングにおける炭素質生成物の付着に対し抵抗的に作用してピストン・リングの粘着が防止されるように保証する、という分散特性を有する。

さらに、この種の酸の塩基性(又は塩基過剰)アルカリ土類金属塩を製造することも知られている。過剰塩基は、潤滑油組成物に加られた際にこの組成物を加えたエンジンの操作中に形成される酸性化合物と反応してこれを中和するようなアルカリ貯蔵部を提供する。したがって生じるスラッジは塩の分散特性により分散状態に維持される一方、スラッジ形成を促進する酸が中和される。

英国特許第786,167号明細書には塩基性塩の製造方法が記載されており、ここでは有機酸を油中にて過剰のアルカリ土類金属酸化物もしくは水酸化物と反応させ、次いで二酸化炭素を反応混合物

中に通過させて塩基性塩を生成させる。適する酸としては、置換もしくは未置換の脂肪族、脂環式および芳香族の酸類が挙げられており、カルボン酸、硫黄含有酸、硝酸、チオ酸、フェノール、並びに硫黄含有酸および硝酸含有酸の部分エステルを包含する。

技術分野においては、できるだけ高い塩基度を有する化合物、すなわち塩基性塩における有機酸残基の相対的割合ができるだけ低い化合物を使用することが望ましい。その理由は、化合物のコストが主として有機酸のコストにより支配されるからである。

これら化合物の塩基度は、一般に塩基度指数(BI)として表わされ、有機酸の全量に対するアルカリ土類金属の全量の当量比として規定される。従来技術の方法は一般に最高10のBIを有する化合物を生成し、かつそれより高いまたはずつ

(c) 存在する残留固体および存在する水層を除去する

ことからなり、有機カルボン酸はC<sub>8</sub>~30アルキルサリチル酸とアルキル部分が分枝鎖であって4~40個の炭素原子を有する1種もしくはそれ以上のアルカンカルボン酸との配合物からなることを特徴とする。

特に好適なアルキルサリチル酸は、アルキル基中に少なくとも10個、特に12~26個の炭素原子を有するものである。

本発明に使用するアルカンカルボン酸は分枝鎖であって、たとえば潤滑剤のような油組成物への全ゆる溶解性問題を回避すると共に、ナフテン系もしくは芳香族系油組成物に対し問題を生ぜしめる程長くないような長さの鎖長を有する。好ましくは、アルキル部分は8~28個の炭素原子を有し、特に第三アルキル基である。第三カルボン酸は、

と高いBIを有する化合物をカルボン酸の使用により製造すると顕著なゲル化傾向が生じて、化合物の取吸性を著しく阻害することが判明した。他の問題は、或る種の酸を用いた場合には比較的低いBI値しか得られないことであつた。今回、2種の特定種類のカルボン酸の配合物を使用すれば、ゲル化問題を伴うことなく高BI値が得られることを突き止めた。

したがって、本発明は有機カルボン酸の塩基性アルカリ土類金属塩の製造方法に関し、この方法は

(a) 有機カルボン酸を1当量より多い量のアルカリ土類金属水酸化物および/または酸化物と炭化水素溶剤中にて混合し、

(b) 得られた混合物中へ二酸化炭素を過剰のアルカリ土類金属1当量当り少なくとも0.5当量の量で導入し、

使用した際に極めて高いBI値が得られるので特に適している。極めて適する酸は、たとえば商品名「ベルサチン」酸として販売されているような第三酸類の混合物を包含する。これらの酸は、オレフィン(たとえばプロピレンオリゴマー)または直線状凝成オレフィン(たとえば「ショップ」オレフィンとして販売されているもの)をコックホ反応にかけて分枝鎖カルボン酸を生成させることにより製造される。酸類の配合物を使用する場合、アルキル部分の好適鎖長はアルキル基の平均鎖長に関連する。

アルカンカルボン酸に対するアルキルサリチル酸の比は広範囲に変化することができる。有利には、アルキルサリチル酸対アルカンカルボン酸の当量比は10:1~1:10、好ましくは4:1~1:4の範囲である。

作成されるアルカリ土類金属塩はマグネシウム

塩、カルシウム塩、ストロンチウム塩およびバリウム塩を包含する。好ましくは、用いるアルカリ土類金属はマグネシウムもしくはカルシウムである。

本方法の工程(a)で作成される反応混合物は好適には促進剤、好ましくは酸素含有の有機溶剤および必要に応じ水を含有する。適する溶剤は $C_1 \sim 6$  アルコール、多価アルコール(たとえばグリコール、プロピレングリコール、グリセリンもしくは1,3-ジヒドロキシプロパン)、エーテル(たとえばグリコールもしくはプロピレングリコールの $C_1 \sim C_4$  モノエーテル、ジイソプロピルエーテル)、1,3-もしくは1,4-ジオキサン、または1,3-ジオキソランを包含する。好ましくは、促進剤は $C_1 \sim 6$  アルコール、特にメタノールである。工業工程には工業級溶剤(technical solvents)を使用しうること、およびたとえばメタノールのよ

うな工業的に純粋な促進剤を使用する場合は水の存在を伴うことが了解されよう。したがって、これらの場合、水自身の添加は必要とされない。何故なら、水の添加は促進剤の添加によりすでに達成されるからである。

本方法の工程(a)による混合物の作成は、任意便利な方法に従い、たとえばアルカリ土類金属水酸化物および/または酸化物を所望に応じ促進剤と混合しかつ促進剤または炭化水素溶剤が存在しなくても得られた混合物へ酸を添加して行なうことができる。酸類の配合物とアルカリ土類金属水酸化物および/または酸化物を炭化水素溶剤中で混合し、次いで促進剤を添加するのが好適である。促進剤は少量の水を含有することができる。好ましくは、水含有量は、混合物中の水の比率が全液体に対し0~10重量%となるように調節する。

炭化水素溶剤は、広範な種類の溶剤から選択することができる。適する溶剤は、たとえば溶剤精製されかつ/または水素添加化された100℃にて3.5~35 $\text{ad}/\text{s}$ の動粘度を有する潤滑油のような炭化水素油を包含する。好ましくは、芳香族炭化水素または芳香族成分リッチな炭化水素フラクション(たとえばガソリン)である。適する炭化水素溶剤はベンゼン、トルエン、キシレンもしくはその混合物であり、キシレンが特に好適である。溶剤の量は臨界的でない。1までの促進剤対溶剤の重量比を好適に使用でき、好ましくは0.1~0.6の範囲の比が挙げられる。

溶剤または溶剤混合物における有機カルボン酸の濃度は広範囲に変化することができる。好適には、酸の当量濃度は、有機カルボン酸と炭化水素溶剤との合計重量に対し0.01~1モル当量/噸、好ましくは0.1~0.6モル当量/噸である。

工程(a)で添加すべきアルカリ土類金属の量は少なくとも1当量、好ましくはそれ以上として、その後の二酸化炭素の供給が極めて高い日1成分をもたらすようにする。その場合、工程(a)に添加するアルカリ土類金属水酸化物および/または酸化物は、好ましくは酸1当量当り10~25当量である。

工程(a)を行なう温度は臨界的でなく、室温もしくは高められた温度とすることができる。適する温度は15~150℃を包含する。

工程(b)において、温度は有利には15~150℃、好ましくは30~75℃である。高められた温度を得るには、高められた圧力を用いる必要がある。何故なら、所望の反応温度は反応混合物の大気圧露点温度より高いからである。適する圧力は1~15絶対バールを包含する。それより高い圧力も可能であるが、これは単に工程のコストを高めるだけ

である。二酸化炭素を導入する速度は、有利には酸 1 当量当り毎分 0.05~1.0 当量の二酸化炭素である。二酸化炭素の導入は、便利には二酸化炭素または二酸化炭素とたとえば空気もしくは空気のような不活性気体との混合物を、反応混合物内の圧力よりも若干高い圧力の下で反応混合物中に通過させて行なわれる。それより高い圧力も用いることができる。二酸化炭素は反応混合物中に吸収され、かつそこに存在するアルカリ土類金属化合物と反応して有機酸塩と炭酸塩、水酸化物および／または酸化物との塩基性複合塩を形成する。工程 (b) で吸収される二酸化炭素の量は、或る程度、本発明の方法の工程 (a) に添加するアルカリ土類金属の量に依存する。好適には、二酸化炭素の相対量はアルカリ土類金属水酸化物もしくは酸化物の相対量よりも若干少ない。

好ましくは、工程 (b) における二酸化炭素の導入土類金属炭酸塩からなる固体を除去する。次いで、得られた溶液を液相分離にかけることができる。一方の液相は促進剤が使用される場合それを含有しうる水相とすることができ、他方の液相は炭化水素溶剤とそこに分散された塩基性塩とである。上記操作を逆転させることもできる。

本方法は、広範な種類の塩基度指数 (BI) を有する塩基性塩の製造に使用することができる。たとえば比較的低い BI (たとえば 1~10) を有する塩基性塩も製造することができるであろう。しかしながら、本方法は 10~20 の塩基度指数を有する塩基性塩を製造するのに極めて適している。

上記方法は 1 工程法である。しかしながら、本発明による方法は 2 工程法、特に本出願人による英国特許出願第 8613615 号に従う 2 工程法で実施することもできる。このため、工程 (a) と工程

(b) とをそれぞれ 2 段階、すなわち a1、a2、b1 お

よび b2 で行ない、これらの段階は (a1) 有機カルボン酸の配合物 1 当量と 1 当量より多いアルカリ土類金属水酸化物および／または酸化物との混合物を炭化水素溶剤中で作成し、(b1) 得られた混合物へ、過剰のアルカリ土類金属 1 当量当り少なくとも 0.5 当量の二酸化炭素が吸収されるまで二酸化炭素を導入し、(a2) 少なくともさらに 1 当量のアルカリ土類金属水酸化物および／または酸化物を反応混合物へ添加して、アルカリ土類金属水酸化物および／または酸化物の全量を少なくとも 10 当量にし、(b2) 得られた混合物への二酸化炭素の導入を再開することからなっている。

工程 (b) と工程 (c) との間に熟成時間を設けるのが有利であることが判明した。何故なら、これは得られる塩基性塩の BI を増大させるからである。この種の熟成時間は少なくとも 15 分間であることが適している。最高時間は一般に実用的および／または経済的理由により支配され、一般に 20 時間以内である。好ましくは、工程 (b) と工程 (c) との間の時間は 1~4 時間である。

工程 (b) の終了時における反応混合物は、当業界で知られた任意の方法により後処理することができる。遠心分離処理にかけて、未反応のアルカリ土類金属水酸化物および／または酸化物および／または存在する場合には非コロイド性のアルカ

および b2 で行ない、これらの段階は

(a1) 有機カルボン酸の配合物 1 当量と 1 当量より多いアルカリ土類金属水酸化物および／または酸化物との混合物を炭化水素溶剤中で作成し、

(b1) 得られた混合物へ、過剰のアルカリ土類金属 1 当量当り少なくとも 0.5 当量の二酸化炭素が吸収されるまで二酸化炭素を導入し、

(a2) 少なくともさらに 1 当量のアルカリ土類金属水酸化物および／または酸化物を反応混合物へ添加して、アルカリ土類金属水酸化物および／または酸化物の全量を少なくとも 10 当量にし、

(b2) 得られた混合物への二酸化炭素の導入を再開することからなっている。

段階 (b1) および (a2) の間および段階 (b2) の後に、上記特許出願に示されたように熟成時間を設けることもできる。段階 (b2) の後の熟成時間は、工程

(b)と工程(c)との間の上記熟成時間に対応する。

本発明による方法は、バッチ式でも連続式でも行なうことができる。

塩基性燐類は油における優秀な分散剤添加物である。したがって、本発明はさらに油組成物をも提供し、この組成物は多量のベース油と少量の前記アルカリ土類金属燐類とで構成される。好ましくは、ベース油は潤滑ベース油であり、便利には組成物の50重量%以上を占める。種々の粘度の鉱物性潤滑油から選択しうるが、たとえばエステル型潤滑油もしくはポリオレフィン型流体のような合成潤滑油、或は植物性油またはグリースをも含む。

海洋ディーゼルエンジンに用いられる燃料組成物は、一般に成る程度の腐質化合物を含有する。これら腐質化合物から生成された酸性化合物を中和するには、比較的高濃度の塩基性燐が使用される。

揮発性炭化水素溶剤と水とアルコールとを除去することにより便利に作成される。潤滑油は、適する炭化水素溶剤として上記したものと同じにすることができる。便利には、原料物はたとえば英国特許第 818,325号明細書に記載されたような各種の有機化合物から選択される安定化剤を含有する。これらの化合物は一価もしくは多価アルコール、アルキルアミンおよびアルキルフェノールを包含する。

さらに潤滑油組成物は、たとえば酸化防止剤、発泡抑制剤、腐食防止剤、粘度指数向上剤および流動点降下剤のような当業者により決定しうる多数の他の添加剤を含有することもできる。特に、たとえばLUBAD 394 (ルブリゾール社により販売)のようなポリイソブテン/亜水コハク酸アダクトの添加により、向上した性質を実現することができる。

好ましくは、これらの海洋潤滑油組成物は 5~30 重量%の塩基性アルカリ土類金属燐を含有する。路上エンジン用の潤滑油組成物は、それより低濃度を含有する。これら潤滑油組成物中の塩基性アルカリ土類金属燐の量は、好ましくは 0.01~5 重量%、特に 0.1~4.0 重量%である。

たとえばガソリン、ケロシン、ディーゼル燃料およびガス油のような燃料も上記塩基性燐類を含有することができる。これら燐類の量は路上エンジン潤滑油組成物におけると同量もしくはそれ以下であり、便利にはその量は 0.001~5 重量%、特に 0.01~1.0 重量%である。

潤滑油組成物は、潤滑油中に60重量%までの上記塩基性燐を含有する原料物を潤滑ベース油と所望濃度となるよう混合して作成することができる。この種の原料物は、工程(c)を完結した後に行われた生成物へ潤滑油を添加しかつ存在する全ての

以下、本発明を実施例につきさらに説明する。

#### 実施例 1

本発明の方法において、有機カルボン酸の配合物を用いる相乗効果を示すため、次の実験を行なった。

#### 比較実験 A

1340ccのキシレンを 640gのC<sub>14</sub>~C<sub>18</sub>アルキルリリチル酸(ASA)(0.72当量)および 400g(10.8当量)の水酸化カルシウムと混合した。Ca(OH)<sub>2</sub>/ASAの比は15:1であった。40℃にて1時間攪拌した後、390ccのメタノールを反応混合物へ添加し、かつ二酸化炭素を50℃にて0.12当量CO<sub>2</sub>/1当量酸/min.の速度で導入した。9.3当量CO<sub>2</sub>/1当量酸の吸収後、反応混合物はゲル化して固体物質となった。この固体物質のB<sub>1</sub>は測定することができず、論理的に約10~11の値に達しうるのみであろう。

比較実験B

この実験は、商品名「ベルサチン10 (VERSATIC 10)」として市販され主として3-メチル-オクタン-3-カルボン酸と少量の4-メチル-オクタン-4-カルボン酸、3-エチル-ヘプタン-カルボン酸および4-エチル-ヘプタン-4-カルボン酸とよりなる第三カルボン酸の混合物を使用した。この酸混合物の酸価は  $5.8 \text{ meq/g}$  であった。この混合物 1当量をキシレンに添加して、 $0.2 \text{ meq/g}$  の酸濃度を生ぜしめた。水酸化カルシウムを20当量の量にて添加した。1時間攪拌した後、メタノールを反応混合物へ44~55℃で添加して、液体全量に対し20容積%にした。 $\text{CO}_2$  を  $0.40 \text{ 当量 } \text{CO}_2 / 1 \text{ 当量酸} / \text{min.}$  の速度にて12当量  $\text{CO}_2 / 1$  当量酸の吸収となるまで導入した。ここで存在する2つの液相を沈静させた後、メタノール-水の層を除去した。キシレン層から、遠心分離により

工程法を行なった：

ASA 対  $\text{V}_{10}$  酸の当量比を 7:3 とし、水酸化カルシウム対酸の当量比を 10:1 とし、酸の濃度と溶剤混合物の組成と温度と  $\text{CO}_2$  の導入速度とは実験1に記載した通りとした。7.88 当量/1 当量酸の  $\text{CO}_2$  吸収の後、反応を15分間中断し、次いで水酸化カルシウムを 7当量/1 当量酸の量にて添加し、反応混合物を1時間攪拌し、かつ  $\text{CO}_2$  導入を50℃にて再開した。全部で12.1当量の  $\text{CO}_2$  が吸収された後(両工程において)、反応混合物を実験Bに記載したように処理して14.8のBIを有する生成物を得た。

実験 3

実験2の手順を反復した。第2段階で  $\text{CO}_2$  導入を停止させた後、すなわち12.1当量の  $\text{CO}_2$  が吸収された後、反応混合物を16時間の熟成時間にかけてながら、50℃にて攪拌を続けた。実験Bに記載し

残留固体を除去した。キシレン層中に存在するカルシウム塩のBIは 5.3であった。

実験 1

実験AのASAと実験BのV10酸との混合物を用いて、比較実験Bの手順を反復した。各種反応体の相対量は、V10酸 1当量当りASA 1当量とした。キシレン中の酸の濃度は  $0.4 \text{ meq H}^+ / \text{g}$  とし、かつ水酸化カルシウムの相対量は10当量とした。3容積%の水を含有するメタノールを、キシレンに対し14.4容積%の量で添加した。二酸化炭素を反応混合物中へ  $0.12 \text{ 当量} / 1 \text{ 当量酸} / \text{min.}$  の速度で50~55℃の温度にて導入した。7.1 当量/1 当量酸の  $\text{CO}_2$  吸収の後、反応混合物を実験Bに記載したように後処理して、ゲル化しない8.8のBIを有する生成物を得た。

実験 2

次の量の反応体を用い実験1の手順に従って2たように後処理した後、15.1のBIを有する生成物が得られた。

これらの実験から明らかなように、ASAまたはV10酸の単独使用は不満足な結果を与えたのに対し、これら酸の組み合わせは高BIを有しかつゲル化問題を伴わない良好な生成物を与えた。熟成時間を設けると、得られる生成物のBIが増大する。

実施例 2

この実施例においては、ASAと主として19個の炭素原子を有する第三カルボン酸(V19酸)との組合せを用いた。 $\text{C}_{18}\alpha$ -オレフィンをコッホ反応にかけることにより、カルボン酸を製造した。この反応の生成物は、 $\text{C}_{18}$ オレフィンに基づく高分枝鎖の酸と、反応の際に生成したその二量体との混合物である。この混合物の酸価は  $2.28 \text{ meq/g}$  であった。実験4は、実験1におけると同じ1

工程法で行なった。実験5は実験4と同様であるが、実験3に記載したような16時間の熟成時間を設けて行なった。実験6および7は実験3と同様に、すなわち16時間の熟成時間を用いて行なった。

酸の比と、各工程における $\text{CO}_2$ 吸収と、得られた生成物のB Iとを下記第1表に示す。

第 1 表

実験 No	ASA/V 19 (eq/eq)	$\text{CO}_2$ 吸収 (eq $\text{CO}_2$ / eq酸)			B I 生成物 (eq/eq)
		1工程	2工程	全量	
4	1:1	-	-	12.5	13.7
5	1:1	-	-	12.5	14.2
6	1:1	7.9	4.1	12.0	13.0
7	7:3	7.9	4.6	12.5	14.6

実験4～7の生成物を鉱物性潤滑油中に導入し、得られた混合物を減圧蒸留にかけてキシレンを除去

1.83 eq/gの酸価を有する第三カルボン酸の混合物である。両工程において、12当量/1当量酸の量の水酸化カルシウムを添加し、すなわち全水酸化カルシウムの量を24当量とした。後処理工程においてはフィルタ助剤での濾過により、遠心分離せずに残留固体を除去した。反応条件は実験2におけると同様にした。 $\text{CO}_2$ 吸収および得られた生成物のB Iを第3表に示す。

第 3 表

実験 No	$\text{CO}_2$ 吸収 (eq $\text{CO}_2$ / eq酸)			B I 生成物 (eq/eq)
	1工程	2工程	全量	
8	9.4	7.7	17.1	18.3
9	9.4	9.6	19.0	18.95

これらの実験の生成物を、実施例2に記載したように潤滑油中に溶解させた。カルシウム含有量および動粘度を下記第4表に示す。

なすることにより凝厚物を得た。凝厚物のカルシウム含有量および100℃における動粘度を下記第2表に示す。

第 2 表

実験Noの生成物	Ca 含有量 (% W)	$V_k$ 100 (ml/s)
4	10.1	15.1
5	10.1	12.7
6	9.7	10.2
7	9.8	14.3

### 実施例 3

実験2の手順を次の実験8および9で行なった。実験8および9と実験2との間の相違点は次の通りである。当量比1:1にて使用した酸は、ASAおよび実施例2に記載したように得られかつ

第 4 表

実験Noの生成物	Ca 含有量 (% w)	$V_k$ 100 (ml/s)
8	9.9	11.6
9	9.9	12.9

### 比較実験 C

直鎖状カルボン酸が本発明方法に適していないことを示すため、ステアリン酸とASAとの組合せを1:1の当量比にて次の実験で用いた。

キシレン 435.3g 中の ASA 96.1g およびステアリン酸 32.0g に対し、141.9gの水酸化カルシウム(17当量/1当量酸)を91.7gのメタノールおよび2.8gの水と共に添加した。この反応混合物を比較実験Bに記載したと同様な反応にかけ、8.2当量/1当量酸の $\text{CO}_2$ 吸収にて $\text{CO}_2$ を導入



を中所した。何故なら、反応混合物が著しくゲル  
化したからである。

代理人 川口 義雄  
代理人 中村 至  
代理人 船山 武

第1頁の続き

⑤ Int. Cl. 4	識別記号	庁内整理番号
C 07 C 53/126		6692-4H
65/05		7419-4H
// C 10 M 129/26		7921-4H
C 10 N 10:04		
30:04		8217-4H

②発 明 者     ルドルフ・リハルド・     オランダ国、1031・セー・エム・アムステルダム、バドハ  
                      ファン・ウエル                        アイスウエヒ・3

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

**BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☒ **BLACK BORDERS**
- ☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☐ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☒ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☒ **OTHER:** \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**